

脲醛-三聚氰胺甲醛复合树脂胶粘剂的合成

一、实验目的

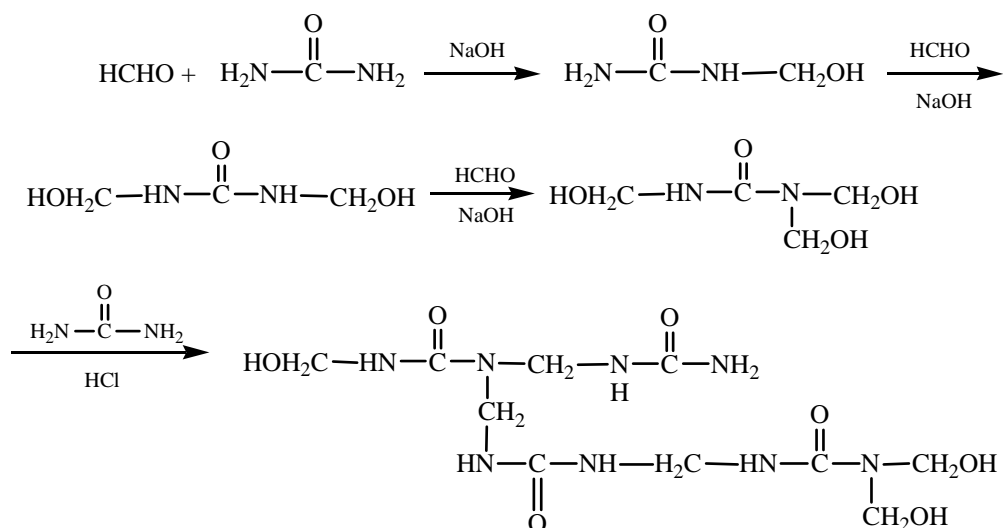
1. 掌握脲醛树脂的制备原理、合成工艺；
2. 了解降低脲醛树脂残留甲醛的常用方法；
3. 掌握用三聚氰胺降低脲醛树脂中残留甲醛的原理；
4. 掌握脲醛-三聚氰胺甲醛复合树脂胶粘剂中残留甲醛的检测方法；
5. 掌握胶粘剂性能测定方法。

二、实验原理

脲醛-三聚氰胺甲醛复合树脂的合成通常分为加成阶段和缩聚阶段。

(1) 尿素（或三聚氰胺）和甲醛在中性或弱碱性介质中进行加成反应，生成一羟甲基脲、二羟甲基脲、三羟甲基脲；

(2) 在微酸性介质中，羟甲基与氨基或羟甲基之间进行缩聚反应，生成线性或具有支链结构的高分子聚合物：



三、药品及仪器

(1) 药品

尿素、三聚氰胺、甲醛、氢氧化钠、盐酸、pH 试纸、甲基红、溴甲基酚绿、次甲基蓝、苯酚、间苯二酚、无水乙醇

(2) 仪器

电动搅拌器、加热水浴、三口瓶、冷凝管、温度计、烧杯、量筒、试管、分析天平、碘量瓶、干燥箱、酸式滴定管、碱式滴定管、循环水式真空泵

四、实验内容

1. 脲醛-三聚氰胺甲醛复合树脂胶粘剂的合成：

- (1) 将第一批尿素(4.5g)和 36.79g(1: 1.8)浓度为 37%甲醛溶液分别加入三口烧瓶，搅拌溶解，用 10%的氢氧化钠溶液调节 pH 至 8.5，恒温至 85℃；
- (2) 反应 30min 后，向三口烧瓶加入第二批尿素(4.5g)；
- (3) 反应 30min 后，向三口烧瓶中加入捕醛剂三聚氰胺；
- (4) 反应 30min 后，再加第三批尿素(6g)，用 1mol/l 的盐酸溶液调 pH5-5.5，观察反应液粘度变化；
- (5) 当粘度达到要求时，立即加入 10%的氢氧化钠溶液调节 pH 至 8.5，反应 10min 左右，出料。

2. 产品性能测定

(1) 固含量测定

用已称重 G_1 的干燥表面皿放如一定量的试样后称重 G_2 , G_3 为烘干后的表面皿重, 烘干温度为 63~65℃, 烘干时间为 60min。

$$\text{固含量}\% = [(G_3 - G_1) / (G_2 - G_1)] \times 100\%$$

(2) 干燥时间测定

用平木板 7.5cm×7cm, 涂胶 105 g/m³, 两木板粘合后, 干燥百分率达 99%以上所需时间即为干燥时间。

(3) 耐水性测定

用平木板 7.5cm×7cm, 涂胶 105g/m³, 两木板粘合后, 放于空气中干燥后置于水中浸泡, 测定两木板自然开落的时间。

(4) 粘度测定

用旋转粘度仪或涂-4 杯粘度仪来测定。

(5) 游离甲醛含量的测定

滴定空白: 往锥形瓶中, 加入 50ml 蒸馏水, 滴加 8 滴混合指示剂, 调至中性, 再加入 10mL 10% NH₄Cl 溶液和 10mL 1mol/L NaOH 溶液, 摇匀, 水封, 静置半小时。用 1mol/L HCl 溶液滴定, 记下所耗 HCl 的量 v_1 (ml)。

滴定样品: 称取样品 G (5-8g) 置于 250ml 锥形瓶中, 加入 50ml 蒸馏水, 滴加 8 滴混合指示剂, 调至中性, 再加入 10mL 10% NH₄Cl 溶液和 10mL 1mol/L NaOH 溶液, 摇匀, 水封, 静置半小时。用 1mol/L HCl 滴定, 记下所耗 HCl 的量 v_2 (mL)。

$$\text{游离甲醛含量}\% = \frac{(v_2 - v_1) \times c \times 0.0303 \times 6}{G \times 4} \times 100$$

其中, c 为盐酸标液的浓度 (mol/L)。

五、思考与讨论题

- (1) 在合成过程中, 尿素为什么不一次加入而是分三次加入?
- (2) 对于减小产品中残留甲醛含量, 你还有什么建议或措施?